

# BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2000-513689

(P2000-513689A)

(43) 公表日 平成12年10月17日 (2000. 10. 17)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 4 B 35/565		C 0 4 B 35/56	1 0 1 N
38/00	3 0 3	38/00	3 0 3 Z
41/87		41/87	G

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求(全 24 頁)

(21) 出願番号 特願平8-526441  
 (86) (22) 出願日 平成8年2月28日 (1996. 2. 28)  
 (85) 翻訳文提出日 平成8年11月1日 (1996. 11. 1)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US96/02880  
 (87) 国際公開番号 WO96/26910  
 (87) 国際公開日 平成8年9月6日 (1996. 9. 6)  
 (31) 優先権主張番号 08/396, 970  
 (32) 優先日 平成7年3月1日 (1995. 3. 1)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)  
 (81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M C, NL, PT, SE), AU, BR, CA, CN, C Z, JP, KR, MX, RU, SG, US

(71) 出願人 サンゴバン/ノートン インダストリアル セラミックス コーポレーション  
 アメリカ合衆国, マサチューセッツ 01615-0138, ウォーセスター, ピー. オー. ボックス 15138, ニュー ボンド ストリート 1  
 (72) 発明者 ウィルケンズ, クレイグ エー.  
 アメリカ合衆国, マサチューセッツ 01605, ウォーセスター, ブランデーショ ン ストリート #501 501  
 (74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 新規なシリコンカーバイドダミーウエハー

## (57) 【要約】

本発明は、実質的に再結晶したシリコンカーバイドからなる浸珪処理していない、或いは浸珪処理したウエハーに関するもので、このウエハーは、少なくとも150mmの直径と、0.5と2mmの間の厚みを有し、かつ15v/oと43v/oの間の気孔率或いは遊離シリコン量を有する。

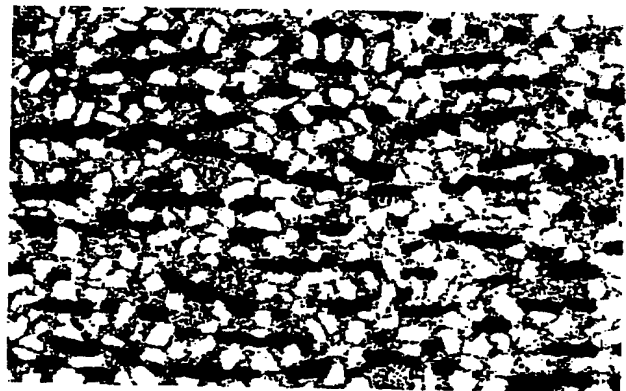


FIG. 2

100 μm

## 【特許請求の範囲】

1. 少なくとも150mmの直径および0.5と2mmの間の厚さを有し、かつ15v/oと43v/oの間の気孔率を有することを特徴とする再結晶したシリコンカーバイドから実質的になる浸珪処理されていないウエハー。
2. 0.5mmと1.5mmの間の厚さを有する請求項1記載のウエハー。
3. 300mm以下の直径を有する請求項2記載のウエハー。
4. 25v/oと40v/oの間の気孔率を有する請求項3記載のウエハー。
5. シリコンカーバイドが、シリコンカーバイド粒からなる請求項3記載のウエハー。
6. 気孔率が、5と50 $\mu$ mの間の直径を有する粗い相互連結した気孔によって特徴づけられた請求項4記載のウエハー。
7. 0.5と1mmの間の厚みを有する請求項6記載のウエハー。
8. 前記粗い気孔が約15ミクロンの直径を有している請求項6記載のウエハー。
9. 前記SiCが、粗粒と細粒からなる双峰サイズ分布を有している請求項4記載のウエハー。
10. 前記粗粒が、10と150ミクロンの間の直径を有している請求項9記載のウエハー。
11. 前記細粒が、1と4ミクロンの間の直径を有している請求項10記載のウエハー。
12. 前記粗粒が、ウエハーの15と41v/oの間からなる請求項11記載のウエハー。
13. 前記細粒が、ウエハーの34と60v/oの間からなる請求項12記載のウエハー。
14. 少なくとも150mmの直径と2mm以下の厚みを有し、かつ15v/oと43v/oの間の遊離シリコンを含み、その上にCVDシリコンカーバイド被覆を有することを特徴とする再結晶したシリコンカーバイドウエハー。
15. 0.5と1.5mmの間の厚みを有する請求項14記載のウエハー。

16. 300mm以下の直径を有する請求項15記載のウェハー。
17. 15v/oと43v/oの間の遊離シリコンからなる請求項16記載のウェハー。
18. 25 $\mu$ mと100 $\mu$ mの間の平坦度を有する請求項17記載のウェハー。
19. 前記遊離シリコンが、5～50ミクロンの直径を有する粗い相互連結した遊離シリコンポケットからなる請求項17記載のウェハー。
20. 0.5と1mmの間の厚みを有する請求項19記載のウェハー。
21. 前記SiCが、粗粒と細粒からなる双峰サイズ分布を有している請求項17記載のウェハー。
22. 粗いSiC粒が、10と150 $\mu$ mの間の直径を有している請求項21記載のウェハー。
23. 細いSiC粒が、1と4 $\mu$ mの間の直径を有している請求項22記載のウェハー。
24. 前記粗粒が、ウェハーの15と41v/oの間からなる請求項21記載のウェハー。
25. 前記細粒が、ウェハーの34と60v/oの間からなる請求項21記載のウェハー。
26. a) シリコンカーバイドを含むスリップを形成する工程、  
b) 凍結鑄造物を製造するためにスリップを凍結する工程、  
c) 前記鑄造物を乾燥する工程、  
d) ビレットを製造するために前記鑄造物を再結晶する工程、  
e) 請求項1記載の複数のシリコンカーバイドを製造するために前記ビレットを輪切りする工程、  
を含む方法。
27. f) 前記ウェハーを浸珪処理する工程を更に含む請求項26記載の方法。
28. f) 前記ウェハーをCVDシリコンカーバイドで被覆する工程を更に含

む請求項26記載の方法。

29. 前記スリップが、シリコンカーバイド粉末、水、および氷晶成長抑制剤を含む請求項26記載の方法。

30. 乾燥工程が、実質的に i) 部分的に水を除去するために凍結製造物を空気乾燥し、ii) 前記製造物を約200℃で約24時間乾燥する工程からなる請求項26記載の方法。

31. a) 請求項14記載のウエハーが同様に置かれた拡散ボート内にシリコンウエハーを置く工程を含むシリコンカーバイドを使用する方法。

32. b) シリコンウエハーを約1000℃以上の温度で処理する工程を更に含む請求項31記載の方法。

33. 25と40 v/oの遊離シリコンを含み、かつ前記遊離シリコンが5～50ミクロンの直径を有する粗く相互連結した遊離シリコンポケットを含む少なくとも150mmの直径および2mm以下の厚みを有する再結晶したシリコンカーバイドウエハー。

34. 150と300mmの間の直径を有する請求項33記載のウエハー。

35. 0.5と1.5mmの間の厚みを有する請求項34記載のウエハー。

36. 0.5と1mmの間の厚みを有する請求項35記載のウエハー。

37. a) 拡散ボート内に同様に置かれた、ポリシリコン、酸化珪素および窒化珪素からなるグループから選ばれた被覆を有する請求項1記載のウエハーを拡散ボート内にシリコンウエハーを置く工程を含むシリコンカーバイドウエハーを使用する方法。

38. b) 約600℃以上の温度で前記シリコンウエハーを処理する工程を更に含む請求項37記載の方法。

39. a) 請求項33のウエハーが同様に置かれた拡散ボート内にシリコンウエハーを置く工程を含むシリコンカーバイドウエハーの使用方法。

40. b) 約1000℃以上の温度で前記シリコンウエハーを処理する工程を更に含む請求項39記載の方法。

**【発明の詳細な説明】**

## 新規なシリコンカーバイドダミーウェハー

## 発明の背景

ダイオードおよびトランジスタのような半導体装置の製造には、典型的には薄いシリコンウェハーの表面を酸化して、それらウェハーの表面に穴をエッチングで形成し、そしてそれらの穴にドーパント（例えば、ボロン、リン、砒素、アンチモン）を堆積させてトランジスタのコンタクト部を形成することが必要である。酸化およびドーピング操作は、1000℃から1350℃の温度範囲で電氣的に加熱された炉で急速加熱および冷却のサイクルを行うことを含んでいる。表面がエッチングされた後で、前記ドーパントは通常炉内に置かれた拡散プロセスチューブの括れた端部にガスとして供給される。ガスは、次いでエッチングされた穴に拡散し、そしてその表面に堆積する。

この酸化および拡散工程の間に、シリコンウェハーは前記プロセスチューブ内に置かれたボート或いは板の上に載置される。前記ウェハーボートおよびプロセスチューブは、典型的に優れた熱衝撃抵抗性、高い機械的強度、多数の加熱および冷却サイクルを経てもその形状を維持し、そしてガス漏れ（例えば、焼成操作中にもキルンの雰囲気内に入り込んだ望ましくない不純物の浸入）しない特性を有する材料で製造されている。これらの要求に合致する一つの材料が、浸珪処理されたシリコンカーバイドである。

シリコンウェハーがボート上で処理される場合、ボート内の各ウェハーは同質の製品を製造するために当然のことながら同一のガス濃度および温度プロフィールに晒されることが望ましい。しかしなが

ら、典型的な水力力学的な状態は、同一のプロフィールがボートの中間にのみ見られ、一方、同一でないプロフィールはボートの端部で頻繁に見られ、その結果、端部のウェハー(end-wafers)にドーパント溶着という望ましくない事態となり、使用に耐えないものとなる。

この「終端効果」の問題を軽減する従来の一つの方法は、犠牲的なシリコンウェハーでボートの端部の細長い溝を満たす事である。しかしながら、シリコンウ

エハ－は高価で、広範囲にガス漏れし、高いプロセス温度で歪み、フレーク状の粒で、しかも短い使用寿命を有することが見出されていた。

前記の終端効果の問題を軽減する従来の他の方法は、「ダミー」ウエハ－でボートの端部の細長い溝を満たす事である。例えば、一人の研究者は、前述の端部の細長い溝に隣合うシリコンウエハ－の正確な寸法を持つSiC被覆したカーボンウエハ－を置いてみた。しかし、これらのウエハ－は離散し、露出した炭素で炉を汚染したことが発見された。他の研究者は、ダミーウエハ－としてCVDモノリスのシリコンカーバイドを使用することを提案した。しかしながら、この材料も非常に高価であることが知られている。

日本の公告特許5-283306号は、アルミナ/シリカ被覆を有する浸珪処理(siliconized)したシリコンカーバイドのダミーウエハ－を開示している。

このように、本発明の目的はダミーウエハ－に要求される正確な寸法で、物理的かつ機械的特性を有する安価なダミーウエハ－を提供することにある。

#### 発明の概要

本発明によれば、実質的に再結晶したシリコンカーバイドからなり、少なくとも150mmの直径と2mm以下の厚みを有し、15

v/oと43v/oの間の気孔率を有する浸珪処理のない(unsiliconized)ウエハ－を提供するものである。

同様に、本発明によれば、少なくとも150mmの直径と2mm以下の厚みを有し、しかも15v/oと43v/oの間の遊離シリコンを含み、更にその上にCVDシリコンカーバイド被覆を有する再結晶したシリコンカーバイドを提供するものである。

同様に、本発明によれば、少なくとも150mmの直径と2mm以下の厚みを有し、しかも15v/oと43v/oの間の遊離シリコン(free silicon)を含み、前記遊離シリコンが直径5～50μで粗い相互に結合した遊離シリコンポケット(free silicon pockets)を有する再結晶したシリコンカーバイドウエハ－を提供するものである。

#### 図面の簡単な説明

図1は、従来の浸珪処理のないシリコンカーバイドの顕微鏡写真で、明るい領域がシリコンカーバイドを表し、暗い領域が気孔率を表す。

図2は、本発明の浸珪処理のない態様の顕微鏡写真で、明るい領域がシリコンカーバイドを表し、暗い領域が気孔率を表す。

#### 発明の詳細な説明

本発明の目的に対し、「 $v/o$ 」は容積%を表し、「 $w/o$ 」は重量%を表し、そして「従来の製造された」製品とは米国特許No. 3951587（「Alliegro特許」）に従って製造されたSi-SiCを指す。加えて、「平坦度」とは、平均基準線から最大の弓形に曲がった高さとして考慮され、この平均基準線とはウェハーの表面で任意の直径によって定義される。

本発明の当初の努力は、ダミーウェハー材料として、特にCRY  
STAR®（マサチューセッツ州、ワーセスターのNorton  
Companyによって製造された、約15%の遊離シリコンと約85%の双峰  
SiC（bimodal-SiC）の浸珪処理したシ  
リコンカーバイドを調査した。しかし、従来のCRYSTAR® 鋳

造プロセス（多孔性のプラスターモールドで双峰SiCブレンドをスリップキャストする）は、スライス加工に適した厚いビレットを成功裡製造可能にするものではない。特に、スリップが、深さで約20mm以上の厚さでスリップキャストする場合、得られるビレットは残留応力のために乾燥および焼成時にクラックを生じる。

このプロセスは、グリーンボディ（green body；生材または未焼成材）に残留した水分がスリップキャスト後に孔として残り、引き続き加熱により捕捉された水蒸気に変化していくという理由から失敗に終わったと信じられている。この水蒸気によって発生した内圧は高くなり、鋳造体の割れおよび曲がりを生じさせることになる。本発明者は、従来のスリップキャストのアプローチが鋳造体において（水銀多孔度測定法（mercury porosimetry）で測定して）僅か15  $v/o$  の気孔率と僅か2ミクロンの気孔（por

e) チャンネルしか製造できず、しかもこの気孔率レベルが従来の乾燥工程中に捕捉された水を逃がすに好適である連続するチャンネルを提供するには十分でないことを知見した。本発明者は従来のスリップキャストリングによって製造された密度勾配は割れの問題に寄与し、これらの勾配が加熱中での熱歪みを誘起することを考慮した。

本発明者は、同様にオープンフェースキャストリング (open-face casting) を試験した。このオープンフェースキャストリングのアプローチは、約厚さ3mm (焼成中にそりを起

こす) を有し、所望した0.5~1.0mm厚みの表面層を有する薄いウエハーを製造した。この焼成された製品は、約15~16vol%の気孔率を有していた。しかしながら、要求された研磨作業は労働集約的であり、ウエハー在庫の半分以上を放出するという理由から、オープンフェースキャストリングは酷く非効率的でかつ費用のかかるものとして認識されている。更に、このオープンフェース鑄造を試みようとすることは、所望したウエハー厚みに近いスリップが乾燥中および焼成中に歪んだグリーンウエハーをもたらすこととなる。

次に、本発明者は、双峰シリコンカーバイドスリップを凍結鑄造 (Freeze-casting) を試み、この凍結鑄造が鑄造中に曲がり或いは割れを起こさずに厚く、寸法的に正確なビレットが容易に輪切りされ、しかも輪切りされた後で十分な強度を維持しうるビレットを提供できることが思いがけず発見された。

この凍結鑄造法は、SiCのダミーウエハーの大規模生産の要求に特に適しているグリーンボディビレット (green body billet) をもたらすと信じられている。スリップが凍結鑄造されると、水は丁度水が氷晶に変わるように4%の体積膨張を受ける。しかし、凍結鑄造が閉鎖された領域内で行われると、氷粒の膨張が、氷粒によって吸収されずに特定の領域内で (スリップキャストのSiCのパッキングに比較して) 密接に一体化してSiC粒をパッキングするという効果を有する。更に、凍結鑄造で形成された氷粒は、乾燥工程での気孔チャンネルの形成と相互に関連する。従って、凍結鑄造体は、従来のスリップ



キャスト体と同等の体積パーセント（即ち、約72v/o）を有しているが、凍結鑄造体はより大きな相互連結した気孔とより優れた粒子同士の結合の両者を有する。このより優れた粒子同士の結合は、再結晶の間により高く充

填されたSiC粒がより容易にネック（necks）を形成するように、鑄造体に対して優れた強度を示すだけでなく、焼結体に対してもより優れた強度を示す。この相互連結した気孔が、蒸気漏出のためのチャンネルを提供し、そして優れた粒子結合が優れた強度を提供するがために、凍結鑄造は大規模なSiCダミーウエハーの生産のための従来のスリップキャストリング法が抱えていた問題を解決しうることは明らかである。

本発明の他の利点は、この好ましいプロセスが従来のシリコンカーバイドの凍結鑄造の間に典型的に要求される真空昇華工程を含める必要がないことである。真空昇華が、凍結の間にSiCの圧縮固化が水が除去される際に移動（および割れに繋がる）に対抗する比較的硬い結晶構造（rigid skeletal structure）をもたらす理由から要求されることがないという理論に拘束されることはない。加えて、氷晶によって形成された比較的大きな気孔チャンネルは、減少した表面圧および減少した乾燥歪みをもたらす。

本発明の一つの好ましい態様は、SiCベースのウエハーが、

- a) スリップを製造するためにシリコンカーバイド粉末、水および氷晶成長抑制剤を混合する工程、
- b) 凍結した鑄造物を製造するために前記スリップを約-85℃で凍結する工程、
- c) 部分的に水を除去するために前記凍結した鑄造物を空気乾燥する工程、
- d) 前記鑄造物を約200℃で約24時間乾燥する工程、
- e) グリーン強度約35MPaを有する再結晶したビレットを製造するために前記鑄造物を真空予備焼結する工程、
- f) 前記ビレットをウエハーに輪切りする工程、
- g) 選択的に、前記ウエハーを浸珪処理および／またはCVD被覆する工程、

および

h) 前記ウエハーをボート内に載置する工程、  
を含むプロセスによって製造され、かつ使用されるものである。

上述した態様において、スリップは典型的には、粒子サイズ範囲 10～150 ミクロン ( $\mu$ ) を有する約 15 と約 41 v/o の間の粗い SiC 粒 (粗粒部)、および粒子サイズ範囲 1 と 4 ミクロン ( $\mu$ ) の間にある約 34 と約 60 v/o の間の細かい SiC 粒 (細粒部) を含む双峰 SiC 粉末分布からなる。好ましくは、細粒部は、約 36 と 42 v/o の間のスリップで平均粒子サイズは約 2～3 ミクロンを有しており、一方、粗粒部は、約 33 と 38 v/o の間のスリップで平均粒子サイズは約 60 ミクロンを有している。粗粒の SiC 粒子サイズが約 150 ミクロン以上であると最終ウエハーの断面の半分に近づき、しかも輪切り中に粒の引き抜けが仕上げられたウエハー中に見られる。

水分は、一般にスリップを製造するに十分な量の約 50 から 85 v/o 固体でスリップ中に含まれている。しかしながら、凍結鑄造を可能にする他の溶剤 (グリセロール、エタノール、メタノール、ヘキサンのような) は、スリップの液体キャリアーとして使用するに好適である。

このスリップは、同様に好ましくは氷晶成長抑制剤を含んでいる。典型的な凍結鑄造技術は、凍結した鑄造物の内部および外部の両方で 5000～10000  $\mu$ m の大きさの氷晶を造り出す。これらの鑄造物の引き続く凍結乾燥および焼成は、大きな孤立した気孔 (大きな氷晶の残滓) を明らかにする。これらの孤立した気孔は、グリーンおよび最終強度の両者を減じるひび割れのように作用する。

前記の氷晶成長抑制剤は、5～50 ミクロンという僅かのオーダーで微細な結晶の形でスリップを凍結することを強いることによって大きな結晶の形成を防止する。典型的な氷晶成長抑制剤は、グリセロールのような水素結合形成化合物および米国特許 No. 4,341,725 (“Weaver 特許”) と引用例の全明細書で同定された類似する全ての化合物を含んでいる。典型的には、前記の氷晶成長抑制剤は、スリップの約 0.2 w/o と約 5 w/o の間、好ましくは約 1 w/o と約 1.5 w/o の間から成る。より好ましい態様において、グリセロー

ルはスリップの約1w/oから成る。氷晶成長抑制剤の要求された量は、同様に少ない抑制剤を要求するために高い固形量スラリーを伴いスラリーの固体量に依存する。スリップの他の典型的成分は、従来の鑄造添加物における従来の量を含む。例えば、NaOHおよび $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ のような解こう剤が使用されうる。同様に、バインダーが約0.25w/oから4.0w/o固体の形で存在しうる。好ましい態様においては、アクリルラテックスバインダーが約1w/oの固体のレベルで使用される。

均質なスリップを得るために、スリップ組成物は典型的には約27と30インチHgの間の真空レベルに減圧されたボールミル内で混合され、次いで少なくとも約17時間圧延される。

この態様の凍結工程（「凍結鑄造」としばしば言われる）は、好ましくは不透過性モールド内にスリップを注ぐこと、および液体キャリアが凍結するまでその温度を低下させることを含んでいる。スリップを凍結することは、一般にその温度を約-20℃と約-100℃の間の温度に約30～180分の間低下させることを必然的に含んでおり、その結果、極く小さい（すなわち、5～50ミクロン）の氷晶を有する凍結鑄造体となる。好ましくは、不透過性モールドは、凍結体から容易に剥ぎ取ることができるシリコンゴムで作ら

れている。

空気乾燥工程の好ましい態様は、割れを回避するため加熱された釜の中に置くことができるように鑄造物から余分な水分を十分に除去される。空気乾燥は、単にモールドから凍結体を取り出し、約24時間空气中に立てた状態にしておくことで達成される。空気乾燥のための典型的条件および乾燥時間は20℃と30℃の間、好ましくは25℃で、約0.01と数大気圧の間、好ましくは1大気圧で、更に約18と48時間の間、好ましくは約24時間の範囲である。

上記態様における高温乾燥工程は、典型的に空気乾燥工程よりもより高い温度で、かつより長い時間行われ、そして実質的に鑄造体中の全ての吸収して水分を除去する。この工程の典型的な条件と乾燥時間は、80℃と200℃の間、好ましくは140℃で、約0.01と1大気圧の間、好ましくは1大気圧で、更に約

18と48時間の間、好ましくは約24時間の範囲である。凍結鑄造体は、割れの発生しない条件の下で大気圧で乾燥されることが望ましいことが思いもよらず発見された。上述したように、従来法で処理されたスリップキャストSiC体は、高温で、しかも大気乾燥条件で割れが発生した。従って、凍結乾燥方法が後続する真空乾燥を必要としないために、従来のSiC製造方法よりも非常に安価である。

この態様によって製造された乾燥鑄造体は、少なくとも約 $1.8\text{ g/cc}$ の嵩密度、および少なくとも約 $5\text{ MPa}$ の4点曲げ強度を示す。その気孔サイズは、約5から50ミクロンの範囲にある。平均気孔サイズは約15ミクロンである。これに反し、従来の乾燥SiC鑄造体は、平均気孔サイズが僅か約2ミクロンである。

好ましい態様における真空予備焼結工程は、割れることなく再結晶（すなわち、高密度化なしでSiC粒間のネック成長）を確立す

ることを助長する。それは、Ar雰囲気において約 $0.5\text{ torr}$ の真空下で約 $1900\sim 1950^\circ\text{C}$ で達成される。一方、従来のSiC鑄造では、これらの条件下で割れが発生していたが、本発明の凍結鑄造体は、乾燥上での低い毛管圧と低い歪みに起因する氷晶によって形成される比較的大きな気孔チャンネル、同様に熱歪みに対抗する部位を横断する均一な密度のたえに割れることがないと考えられる。

この態様に従って製造された再結晶したビレットは、少なくとも約 $1.8\text{ g/cc}$ の嵩密度を示す。その気孔率は $25\text{ v/o}$ から $43\text{ v/o}$ の範囲にある。その気孔サイズは、約5から50ミクロンの範囲である。その平均気孔サイズは、約15ミクロンである。これに反して、従来の再結晶したSiC鑄造体は、約 $16\text{ v/o}$ の気孔率と約2ミクロンの平均気孔サイズである。その強度（リング状双軸曲げ試験のリングで測定して）は、少なくとも $30\text{ MPa}$ 、典型的には30と $50\text{ MPa}$ の間である。

予備焼結後、再結晶したビレットは、最終寸法に従来のプロセス（すなわち、ダイヤモンド砥石或いはワイヤー）によって輪切りされる。従来の多孔質の少な

いSiCビレットに反して、本態様での再結晶したSiCビレットは、薄いSiCウエハーに容易に輪切りされる。この予備焼結したビレットの組織は、十分な取り扱い強度を有しており、迅速かつ容易に良好な表面仕上げおよび平滑性をもって輪切りされる。例えば、本発明で製造された1mm厚のウエハーは、直径15cmビレットから僅か約5分で輪切りされる。これに反し、高密度のスリップ鑄造SiCビレットでは、約60分必要であり、かつ完全に密なSiCビレットでは、輪切りするのに約120分必要とされている。約150と300mmの間にある直径と、約0.5と約2mmの間、好ましくは0.5mmと1

0.5mmの間、更に好ましくは約0.5mmと1.0mmの間にある厚みを有し、更に、約25と約100ミクロンの間、好ましくは約150ミクロン未満の平坦度を有する再結晶したシリコンカーバイドのダミーウエハーは、通常単なるダイヤモンド輪切り後に、この態様によって得ることが可能である。もし、このウエハーが、引き続き浸珪処理された場合には、数ミクロン除去し、そして平坦度100 $\mu$ m未満とするために短時間回転研磨する必要がある。

最後の焼成工程は、ウエハーをガス或いは液体に対して不浸透性にする。それは、典型的には気孔を除くためにシリコンで多孔質ウエハーを含浸させるか、および/またはシリコンカーバイドのような不浸透性のセラミックでCVD被覆するのどちらかを含んでいる。もし、浸珪処理を選んだ場合には、米国特許No. 3,951,587 (“Alliego特許”) および引用された明細書に従って達成される。浸珪処理されたウエハーは、平滑度約100 $\mu$ mを有するという思いがけないことが観察された。これに反して、寸法的に類似する従来の「グリーン」SiC鑄造物は、過剰な曲がりが見られ、厚めの鑄造物と、かつ同一の平坦度を得るために高価な最終機械仕上げを必要とする。

本発明の好ましい態様における浸珪処理されたウエハーは、少なくとも約2.75g/ccの高密度を示す。遊離シリコンのポケットは、直径で約5から50ミクロンの範囲である。それは完全に密である。これに反して、従来法で製造された浸珪処理されたSiCウエハーは、遊離シリコンのポケットが直径で僅か2ミクロンである。

本発明におけるこの態様の微細組織は、粗粒SiC相、粗い遊離シリコン相、および微細SiC粒と微細遊離シリコンポケットからなる混合相からなる材料の3つの際立った相を有していることが明

らかである。SiCダミーウエハーが浸珪処理されたかどうかによって、このSiCウエハーは典型的に、

- a)  $10\mu\text{m}$ と $150\mu\text{m}$ の間の直径を有する約 $15\text{v/o}$ と $41\text{v/o}$ （好ましくは $33\sim 38\text{v/o}$ ）の間のシリコンカーバイド粒、
- b)  $1\mu\text{m}$ と $4\mu\text{m}$ の間の直径を有する約 $34\text{v/o}$ と $60\text{v/o}$ （好ましくは $36\sim 42\text{v/o}$ ）の間のシリコンカーバイド粒、および
- c)  $25\text{v/o}$ と $40\text{v/o}$ の間の遊離シリコン或いは気孔率、からなる。

浸珪処理しないウエハーの気孔率は、粗い（ $5\sim 50\mu\text{m}$ ）気孔の双峰のサイズ分布および微細な気孔によって特徴づけられるが、一方、浸珪処理したウエハーの遊離シリコンは、直径 $5\sim 50$ ミクロンの遊離シリコンポケットおよび微細SiC粒で囲まれた遊離シリコンマトリックスによって特徴づけられる。図2参照。或る態様においては、好ましくは $35\text{v/o}$ と $40\text{v/o}$ の間にある遊離シリコンがある。これに反して、公知技術の微細組織は、SiCの大きな粒、SiCの小さな粒および小さな遊離シリコンポケット或いは気孔率からなる混合相の均一組織によって特徴づけられることが分かった。図1参照。

浸珪処理したSiCウエハーのサンドブラステングは、凝固時のシリコンの容量拡張に起因して表面上に滲み出た過剰な遊離シリコンを除去することができ、従来のサンドブラステング方法によって行うことができる。従って、これらのウエハーは、高強度を有し、サンドブラステングを受けても壊れることはない。

本発明の上述した態様は、薄く、強いウエハーを製造するために凍結 casting に利用できるけれども、有用なSiCウエハーが、a) 1

$750^\circ\text{C}$ で $3000\text{psi}$ でSiCピレットを温間プレスする、b) 米国特許No. 5, 145, 908に従ってSiCピレットをゲル casting し、予備焼結する、c) SiCピレットを冷間均衡プレスする、およびd) テープ casting 或いはロール

プレスし、次いで気孔率約21%を有する焼成したSiCウエハーを製造するためにSiCスリップを再結晶する、を含む任意の数多くのプロセスによって得られることができるという期待がある。

本発明の新規な再結晶したシリコンカーバイドセラミックは、Alliegrの特許に開示された用途を含めて、従来の浸珪処理したシリコンカーバイド或いはCVD被覆したシリコンカーバイドの用途に使用されうる。同様に、コンピューターのハードドライブにおける硬いディスク、他の電子用途のための基板、或いはウエハーポートにおける邪魔板(baffle plates)のような用途も見いだした。特に、ヘッドおよびディスクを有するディスクドライブ組立品での使用に対してはシリコンカーバイドのディスク基板が期待され、そしてこのディスク基板からなるディスクであるが、このディスク基板は、a) 15 v/oと43 v/oの間の遊離シリコン或いは気孔率、好ましくは25 v/oと40 v/o; b) 好ましくは25  $\mu$ mと100  $\mu$ mの間の平坦度を有し; c) 好ましくは粗粒および細粒の双峰SiC粒分布を有し; d) 好ましくは双峰遊離シリコン或いは粗いおよび細かい気孔の気孔分布を有することを含む。本発明の高多孔質シリコンカーバイドディスク(ディスクを横断して圧力降下が少ない)の他の期待しうる用途は、ガスバーナープレート、複合基板およびフィルターを含んでいる。

或る態様においては、本発明の多孔質ウエハーは、選択的にポリシリコン、窒化珪素、或いは酸化珪素の何れかの層で被覆され、次いで拡散ポート内に置かれてシリコンウエハーが連続的に処理され

、このシリコンウエハーは、少なくとも約600℃の温度で処理される。

或る態様においては、本発明の浸珪処理され、SiCのCVD被覆されたウエハーは、シリコンウエハーが連続的に置かれる拡散ポート内に置かれ、次いでそのウエハーは、1000℃以上の温度で処理される。このCVD SiC被覆は、SiC粒の酸化を防止するために前記温度で処理される必要がある。従って、

a) 拡散ポート内に置かれた本発明の浸珪処理され、SiCのCVD被覆されたウエハーを有する前記拡散ポート内にシリコンウエハーを置く工程、そして、

b) そのシリコンウエハーを約1000℃以上の温度で処理する工程、  
からなる方法を同様に提供する。

同様に、本発明によれば、

a) 本発明のシリコンカーバイドウエハー（好ましくは少なくとも200mm、より好ましくは少なくとも300mmの直径を有する）を実質的に水平位置に準備する工程、そして、

b) シリコンウエハー（好ましくは少なくとも200mm、より好ましくは少なくとも300mmの直径を有する）をシリコンカーバイドディスク上に置く工程、そして、

c) 前記シリコンウエハーを少なくとも100℃/secの割合で加熱する工程、からなる単一のウエハーを製造方法を提供する。

同様に本発明によれば、

a) 処理室内にサセプター (susceptor) を配置する工程、

b) 前記サセプター上にシリコンウエハーを載置する工程、

c) 前記シリコンウエハーを処理する工程、

d) 前記シリコンウエハーを除去する工程、

e) 本発明のシリコンカーバイドウエハー（好ましくは少なくとも200mm、より好ましくは少なくとも300mmの直径を有する）を前記サセプター上に載置する工程、そして、

f) 処理室を清浄化する工程、

からなる単一のウエハー処理室を清浄化する方法を提供する。

同様に、本発明によれば、

a) 本発明方法によるシリコンカーバイドウエハー（好ましくは少なくとも165mmの長さおよび少なくとも265mmの幅を有する）を実質的に水平位置に準備する工程、そして、

b) シリコンカーバイドディスク上に平坦なガラス板（好ましくは長さおよび幅とも少なくとも100mmを有する）を載置する工程、そして、

c) 前記平坦なガラス板を処理する工程、



からなる平坦なパネルディスプレイを処理する方法を提供する。

同様に、本発明によれば、

a) 少なくとも200mmの予め設定された直径を有するシリコンウエハーを準備する工程、

b) シリコンウエハーの回りに本発明のシリコンカーバイドリング（内径が実質的に前記シリコンウエハーの予め設定された直径に等しい径を有する）を置く工程、そして、

c) 前記シリコンウエハーをプラズマエッチング（好ましくはドライ金属プラズマエッチング）する工程、

からなるプラズマエッチングシリコンウエハーを処理する方法を提供する。

〔実施例 1〕

凍結鑄造スラリーが表1に示す量で以下の材料を混合することによって準備され、ジャー内で18時間伸長した。

表 1

シリコンカーバイド (3 $\mu$ )	4 6 8 0 g
シリコンカーバイド (1 0 0 F)	4 3 2 0 g
水	1 0 8 0 g
B A S F   A c r a n o l   2 9 0 D   結合剤	1 3 7 g
N a O H (1 N)	8 1 g
B a k e r   グリセロール	9 0 g

スラリーを真空脱気し、そして内径6インチ、外径6.5インチおよび高さ10インチを有するポリ塩化ビニールのチューブに注入した。このチューブは、漏出を防止し、かつ底面を形成するガラス板に止められている。この組立品は、次いで-85℃の冷凍庫内に3時間置かれた。完全に凍結後、このチューブは、ピレットから切り離された。この凍結鑄造ピレットは、最初に約25℃で18時間空気乾燥され、そして吸収した水分を除去するために140℃で48時間最終的に乾燥された。このピレットは、次いで再結晶をさせるためにアルゴン雰囲気中で約1900℃で焼結された。この多孔質の再結晶したピレットは、0.040イ

ンチの厚みにメタルボンドダイヤモンド鋸で乾式で輪切りされた。このウェハーは、アルゴン／窒素雰囲気中で約1800℃で熔融シリコンで溶浸され、次いで過剰シリコンを除去するためにSiC粒でサンドブラストされた。このサンドブラストされたウェハーは平坦度約100ミクロンを有していた。ダイヤモンド研磨剤のついた回転研磨で平坦度約50ミクロンを得た。ボロンカーバイドスラリーでの最終ラップ仕上げでは、平坦度約20ミクロンを製造できた。

〔実施例 2〕

平均サイズ3ミクロンを有する単峰性シリコンカーバイドスリップが、約1850℃で、および3000psiで1時間、グラファイトダイス中で熱間プレスされた。このピレットは、直径3インチ、高さ4インチおよび密度2.0g/cc（約62%の理論密度）を有していた。このピレットは、厚さ0.75mmにメタルボンドダイヤモンド砥石で乾式で輪切りされた。このウェハーは、アルゴン／窒素雰囲気中で約1800℃で熔融シリコンで溶浸された。浸珪処理されたウェハーは、次いで過剰シリコンを除去するためにSiC粒でサンドブラストされた。この浸珪処理されたウェハーは平滑度約70ミクロンを有していた。サンドブラストされたウェハーの幾つかは、約1100℃で水素およびアルゴン中でメチルトリクロロシランの化学蒸着によって約50ミクロンのSiCで被覆された。

【図1】

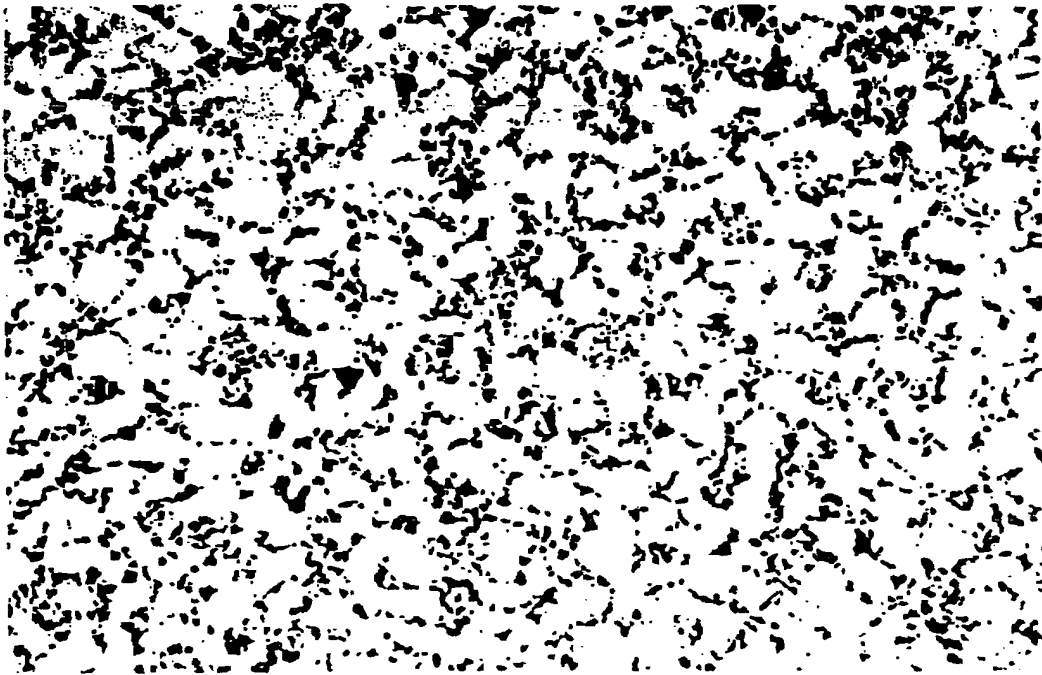


FIG. 1 先行技術

100  $\mu\text{m}$

【図2】

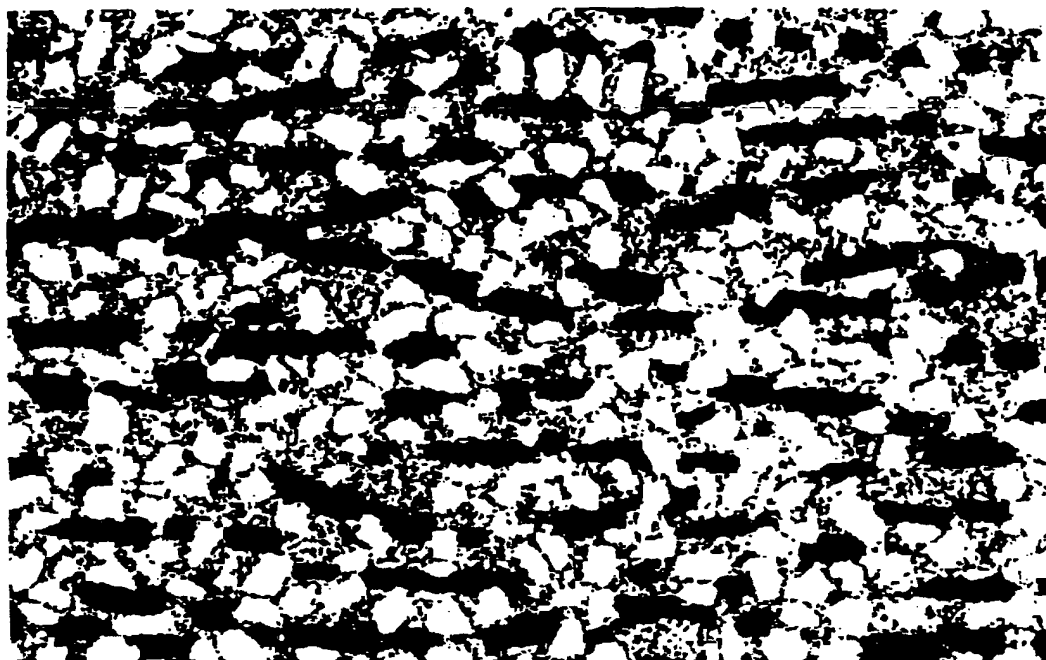


FIG. 2

100  $\mu\text{m}$

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC 6 C04B35/573 C30B31/10 C04B41/87 C04B38/68		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 C04B C30B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP,A,0 486 938 (ASAHI GLASS COMPANY LTD.) 27 May 1992	1-5
Y	see page 5, line 20 - line 43; claims 1,7,8; examples 1,3,6,8,9	9-17, 21-25, 31,37
Y	--- EP,A,0 147 478 (HOECHST CERAMTEC AG) 10 July 1985 see claims 1,2; example 1	9-13, 21-25
Y	--- EP,A,0 340 802 (SHIN-ETSU CHEMICAL COMPANY, LTD.) 8 November 1989  see claims 1,3	14-17, 21-25, 28,31
---		
-/--		
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <span><input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.</span> <span><input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.</span> </div>		
<div style="display: flex;"> <div style="flex: 1;"> <p>* Special categories of cited documents:</p> <p>'A' document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>'E' earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>'I' document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>'O' document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>'P' document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="flex: 1;"> <p>'T' later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>'X' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>'Y' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>'Z' document member of the same patent family</p> </div> </div>		
Date of the actual completion of the international search  <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">14 June 1996</div>		Date of mailing of the international search report  <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">- 1. 07. 96</div>
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+ 31-70) 340-3016		Authorized officer  <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">Hauck, H</div>

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/US 96/02880

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US,A,4 341 725 (G.Q. WEAVER ET AL.) 27 July 1982 cited in the application	26,27, 29,30
Y	see claim 1; examples 1,2 ---	28
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 18, no. 63 (E-1500), 2 February 1994 & JP,A,05 283306 (TOSHIBA CERAMICS CO. LTD.), 29 October 1993, cited in the application see abstract -----	37

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/US 96/02880

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-486938	27-05-92	JP-A- 5032458 JP-B- 7084351 US-A- 5179049	09-02-93 13-09-95 12-01-93
EP-A-147478	10-07-85	NONE	
EP-A-340802	08-11-89	JP-A- 1282152 JP-A- 1282153 DE-D- 68909481 DE-T- 68909481 US-A- 4999228	14-11-89 14-11-89 04-11-93 28-04-94 12-03-91
US-A-4341725	27-07-82	NONE	

フロントページの続き

(72)発明者 アースノールト, ノーマンド ピー.  
アメリカ合衆国, マサチューセッツ  
01520, ホールデン, サリスベリー スト  
リート 185



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**